= US-A-4,464,203

3

(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Veröffentlichungsnummer: **0 084 645**
A2

(12) EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 82111517.7

(22) Anmeldetag: 11.12.82

(51) Int. Cl.³: C 09 D 17/00, C 09 B 67/20

(30) Priorität: 29.12.81 DE 3151753

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung: 03.08.83
Patentblatt 83/31

(84) Benannte Vertragsstaaten: CH DE FR GB IT LI NL

(71) Anmelder: BASF Aktiengesellschaft,
Carl-Bosch-Strasse 38, D-6700 Ludwigshafen (DE)

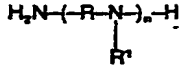
(72) Erfinder: Belde, Horst, Dublinner Strasse 21,
D-6700 Ludwigshafen (DE)
Erfinder: Hartmann, Eduard, Neuhofener Strasse 77,
D-6703 Limburgerhof (DE)
Erfinder: Daubach, Ewald, Dr.,
Thomas-Mann-Strasse 52, D-6700 Ludwigshafen (DE)

(54) Hochkonzentrierte, nichtstaubende, feste und leicht verteilbare Pigmentpräparation und deren Verwendung.

(57) Hochkonzentrierte, nichtstaubende, feste und leicht dispergierbare Pigmentpräparationen, die – bezogen auf (a + b + c) –

a) 70 bis 95 Gew.-% ein oder mehrere feinteilige Pigmente,

b) 5 bis 30 Gew.-% mindestens eines grenzflächenaktiven Mittels, das durch Umsetzen von Aminen der Formel



in der R C_2- bis C_6-Alkylen, R^1 H oder C_1- bis C_4-Alkyl und n 1 bis 5 oder R Phenylen-1,3, Phenylen-1,4 oder Diphenylenmethan-4,4', R^1 = H und n = 1 bedeuten, mit Propylenoxid und dann mit Ethylenoxid erhalten wird (EO-Anteil 20 bis 45 Gew.-%; mittleres Molekulargewicht 4000 bis 15 000),

c) 0 bis 5 Gew.-% Wachs und/oder schaumverhütende Mittel und

d) gegebenenfalls weitere in Pigmentpräparationen übliche Mittel enthalten.

Die Präparationen eignen sich hervorragend zum Pigmentieren von wäßrigen, alkoholischen oder wäßrig-alkoholischen Druck- und Lackierfarben oder von Druckpasten für den Textildruck.

EP 0 084 645 A2

BNSDOCID: <EP___0084645A2_I_>

Hochkonzentrierte, nichtstaubende, feste und leicht verteilbare Pigmentpräparation und deren Verwendung

Die Erfindung betrifft hochkonzentrierte, nichtstaubende, feste und leicht verteilbare Pigmentpräparationen und die Verwendung solcher Zubereitungen zur Herstellung von wäßrigen oder wäßrig-alkoholischen Druckfarben.

Wäßrig oder wäßrig-alkoholische Druckfarben enthalten in der Regel Basen wie Alkalimetallhydroxid, Ammoniak oder Amine, lösliche Harze, z.B. Kolophonium, Maleinat-, Phthalat- oder Acrylatharze, Schellack, Kasein u.a. als Bindemittel.

Aus der DE-OS 27 29 892 sind feste Pigmentzubereitungen bekannt, die feinteiliges Pigment in Carbonsäuregruppen enthaltenden Polymeren auf der Basis (Meth)Acrylsäure und (Meth)Acrylsäureester enthalten. Diese Zubereitungen sind für die vorstehend genannten Druckfarben gut geeignet.

Nachteilig bei Pigmentzubereitungen der vorstehend genannten Art ist, daß man bei der Herstellung der Druckfarben nicht mehr frei in der Wahl der weiteren Binde- und/oder Hilfsmitteln ist, da nicht alle Bindemittel untereinander verträglich sind oder sich in den Eigenschaften nachteilig beeinflussen können.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es, Pigmentzubereitungen bereitzustellen, welche die Nachteile der Zubereitungen des Standes der Technik nicht aufweisen.

Es wurde gefunden, daß in alkoholischen bis wäßrigen Medien universell anwendbare Pigmentpräparationen vorliegen, wenn diese - bezogen auf (a + b + c) -

Noe/ro

a) 70 bis 95 Gew.% mindestens eines feinteiligen Pigments,

b) 5 bis 30 Gew.% mindestens eines oberflächenaktiven festen Mittels, das durch Umsetzen von Aminen der Formel

$$H_2N-(-R-\underset{R^1}{N}-)_n-H \qquad (I),$$

in der R C_2- bis C_6-Alkylen, R^1 = H oder C_1- bis C_4-Alkyl und n = 1 bis 5 oder R Phenylen-1,3, Phenylen-1,4 oder Diphenylenmethan-4,4', R^1 = H und n = 1 bedeuten, zuerst mit Propylenoxid und dann mit Ethylenoxid erhalten wird, wobei der Ethylenoxidanteil an dem Blockcopolymeren 20 bis 45 Gew.%, bezogen auf das Blockcopolymere, beträgt und das Blockcopolymere ein mittleres Molekulargewicht von 4000 bis 15000 aufweist,

c) 0 bis 5 Gew.% eines oder mehrere Wachse und/oder schaumverhütende Mittel und

d) gegebenenfalls weitere in Pigmentpräparationen übliche Zusätze

enthalten.

Die neuen Präparationen eignen sich hervorragend zum Pigmentieren von wäßrigen, alkoholischen oder wäßrig-alkoholischen Druck- und Lackierfarben.

Die neuen Präparationen sind für die Anwendung in den unterschiedlichsten Bindemittelsystemen sehr gut geeignet. So können z.B. mit den neuen Präparationen auch Druckfarben und Lackfarben pigmentiert werden, die kationische Harze

BNSDOCID: <EP___0084645A2_I_>

enthalten. Mit den neuen Pigmentzubereitungen erhält man Farben, die farbstarke und brillante Färbungen liefern.

Außerdem zeichnen sich die mit den Pigmentpräparationen gemäß der Erfindung hergestellten Druck- und Lackfarben durch gute Haftfestigkeit auf den verschiedensten Materialien wie Polyethylen, PVC und Aluminiumfolie, durch eine sehr gute Wasserechtheit der Drucke, durch hohen Glanz und andere ausgezeichnete coloristische Eigenschaften aus.

Diese Befunde waren überraschend. Aus der DE-OS 27 29 892 war bekannt, daß sich die Mitverwendung von oberflächenaktiven Mitteln zusammen mit Zubereitungen aus Pigmenten und Carboxylgruppen enthaltenden Copolymeren in Druck- und Lackierfarben nachteilig auswirkt, weil durch diesen Zusatz die Dispergierbarkeit und der Glanz abnehmen. Außerdem sollen nach den Angaben in dieser DE-OS mit zunehmender Konzentration an dem oberflächenaktiven Mittel auch die Farbstärke und die Transparenz negativ beeinflußt werden.

Als Pigmente (a) kommen für die Zubereitungen sowohl anorganische als auch organische in Betracht.

Als anorganische Pigmente sind z.B. zu nennen: Titandioxid, Ruß, Eisenoxide, Bleichromat-Bleimolybdat--Pigmente, Nickeltitangelbpigmente und/oder Chrom-III-oxid.

Als organische Pigmente kommen z.B. solche aus der Azoreihe, aus der Reihe der Perylentetracarbonsäurediimide, der Phthalocyanine, des Anthrachinons, der Perinone, des Thioindigo, der Dioxazine, der Isoindolinpigmente, der Ketogruppen enthaltenden polycyclischen Verbindungen mit

mindestens 4 kondensierten aromatischen und/oder heteroaromatischen Ringen und/oder der Metallkomplexe in Betracht.

Die Zubereitungen können auch Gemische aus anorganischen und organischen Pigmenten enthalten.

Als oberflächenaktive Mittel (b) sind solche geeignet, die durch Umsetzen von Aminen der Formel I

$$H_2N-(-R-\underset{R^1}{N}-)_n-H \qquad (I),$$

in der R C_2- bis C_6-Alkylen - wobei der Alkylenrest linear oder verzweigt sein kann - R^1 H oder C_1- bis C_4-Alkyl und n 1 bis 5 oder R Phenylen-1,4, Phenylen-1,3 oder Diphenylenmethan-4,4', R^1 = H und n = 1 bedeuten, zuerst mit Propylenoxid (PO) und dann mit Ethylenoxid (EO) erhalten werden. Das Verhältnis Propylenoxid zu Ethylenoxid wird so gewählt, daß das Umsetzungsprodukt 20 bis 45 Gew.% EO enthält und das Umsetzungsprodukt, das ein PO/EO-Blockcopolymer ist, ein mittleres Molekulargewicht von 4000 bis 15000, vorzugsweise von 11000 bis 15000 aufweist.

Als Amine der Formel I sind z.B. zu nennen: Ethylendiamin, Diethylentriamin, Triethylentetramin, Tetraethylenpentamin, 1,2- und 1,3-Propylendiamin, Dipropylentriamin, Tripropylentetramin, Butylendiamin, 1,6-Hexamethylendiamin, 1,3-Diamino-2,2-dimethyl-propan, 1,2-, 1,3- oder I,4-Phenylendiamin , 4,4'-Diaminodiphenylmethan oder Gemische dieser Amine.

Bevorzugt sind Mittel (b) auf der Basis von Ethylendiamin und 1,3- oder 1,4-Phenylendiamin. Von diesen sind

BNSDOCID: <EP___0084645A2_I_>

Mittel (b) auf der Basis von Ethylendiamin besonders bevorzugt, da diese stabile Zubereitungen mit besonders guten anwendungstechnischen Eigenschaften liefern.

Die Herstellung der Mittel (b) ist bekannt.

Ganz besonders bevorzugt sind wegen der vorteilhaften Eigenschaften Mittel (b) auf Basis von Ethylendiamin mit einem mittlerem Molekulargewicht von 11000 bis 14000 und einem EO-Anteil von 30 bis 45 Gew.%, bezogen auf das Blockcopolymere.

Die Zubereitungen können als weitere Bestandteile (c) noch Wachse, schaumverhütende Mittel oder Gemische dieser Mittel enthalten. Außerdem können die Zubereitungen noch geringe Mengen Wasser und weitere in Pigmentzubereitungen übliche Mittel (d) in untergeordneter Menge enthalten. Die Menge an (d) sollte in der Regel 10 %, bezogen auf (a + b + c), vorzugsweise 5 % nicht überschreiten.

Die Mittel (c) verbessern die Oberfläche und die Reibfestigkeit der Färbungen, verhindern eine mögliche Schaumbildung bei der Herstellung der Farben und/oder deren Verarbeitung.

Mittel (d) sind z.B. Mittel die bei der Herstellung der Zubereitungen wie der Dispergierung der Pigmente, der Isolierung der Zubereitung als Hilfsstoffe angewendet werden. Als Zusätze für diese Zwecke sind z.B. Aluminiumhydroxid, saure Acrylharze und/oder pH-regulierende Mittel wie Puffersubstanzen, Säuren oder Basen, z.B. Sulfonsäuren, Triethanolamin zu nennen.

Die neuen Pigmentpräparationen können nach verschiedenen Verfahren in an sich bekannter Weise hergestellt werden.

So können die Zubereitungen aus Pigment und dem oberflächenaktiven Mittel (b) durch Einrühren, Kneten oder Mahlen, z.B. in einer Rührwerkskugelmühle, im Attrittor, in einer Kugelmühle, einer Sand- oder Perlmühle in wäßrigem Medium und anschließendem Trocknen in üblicher Weise hergestellt werden. Das oberflächenaktive Mittel (b) wird dabei vor der Dispergierung des Pigments zugegeben.

Die neuen Präparationen sind zur Pigmentierung von Firnissen für die verschiedensten Anwendungen geeignet, z.B. zum Färben oder Bedrucken von Papier, Tapeten, Dekorpapieren, Aluminiumfolie, Weich- und Hart-PVC, Polyethylen, Polypropylen und den verschiedensten Geweben, außerdem von Leder und Kunstleder. Mit den Zubereitungen können auch Druckpasten zum Bedrucken von textilen Geweben hergestellt werden.

Die mit den neuen Präparationen pigmentierten Farben können nach dem Tiefdruck-, Flexodruck-, Siebdruck- und Pigmentdruckverfahren, sowie nach dem Spritz-, Streich- und Rakelverfahren aufgebracht werden.

Die Erfindung soll durch die folgenden Beispiele weiter erläutert werden. Die Teile und Prozentangaben beziehen sich auf das Gewicht.

Die in den Beispielen hergestellten Präparationen wurden in folgender wäßriger Flexodruckfarbe geprüft:

I.

20 Teile Pigmentpräparation werden in
80 Teile Bindemittellösung (Firnis) eingetragen und 30 min mit einem Schnellrührer gerührt.

BNSDOCID: <EP___0084645A2_I_>

Als Bindemittel wurde ein Gemisch aus
47 Teilen eines Carboxylgruppen enthaltenden Acrylatharzes,
25 Teilen Wasser,
25 Teilen Ethanol und
2 Teilen wäßrige Ammoniaklösung 25 %ig
verwendet.

Beispiel 1

60 Teile C.I. Pigment Yellow 1, C.I. Nr. 11 680 und 15 Teile oberflächenaktives Mittel (erhalten durch Umsetzen von Ethylendiamin mit PO und dann mit EO; EO-Anteil 20 %, mittleres Molekulargewicht 6300) werden unter Zusatz von 18 Teilen Wasser 1 Stunde geknetet. Dabei stellte sich eine Temperatur von 67°C ein. Das Knetgut wurde zu einem Film gewalzt, dann bei 80°C im Umluftschrank getrocknet und gemahlen.

Die Pigmentpräparation enthält 80 % Pigment und ist hervorragend zum Pigmentieren der unter I angegebenen Flexodruckfarbe geeignet. Man erhält einwandfreie farbstarke und glänzende gelbe Drucke auf Papier und auf Aluminiumfolie.

Beispiel 2

80 Teile Pigmentruß (BET-Oberfläche 83 m^2/g) und 20 Teile oberflächenaktives Mittel (erhalten durch Umsetzen von Ethylendiamin mit PO und dann mit EO; EO-Gehalt: 40 %; $\bar{M}$ 12 500) werden nach dem Zugeben von 200 Teilen Wasser in einer Rührwerkskugelmühle gemahlen (5 Passagen).

Die wäßrige Dispersion wird durch Sprühtrocknung in ein Pulver überführt.

Die Pigmentpräparation enthält 80 % Ruß. Mit der unter I angegebenen Flexodruckfarbe erhält man farbstarke und glänzende schwarze einwandfreie Drucke auf Papier und auf Aluminiumfolie.

Beispiel 3

300 Teile feinteiliges Rohkupferphthalocyanin (erhalten durch Mahlen von rohem CuPc in einer Kugelmühle in Abwesenheit von Mahlhilfsmitteln; Mahldauer: 10 Stunden; BET-Oberfläche des Mahlguts: 7 m^2/g) und 75 Teile oberflächenaktives Mittel (erhalten durch Umsetzen von Ethylendiamin mit PO und dann mit EO; EO-Gehalt: 40 % ; $\bar{M}$ 10 500) werden unter Zusatz von 60 Teilen Wasser 1 Stunde geknetet. Am Ende war die Temperatur des Knetgutes auf 96°C gestiegen. Das zu einem Film gewalzte Knetgut wurde bei 80°C getrocknet und gemahlen.

Die Präparation enthält 80 Gew.% Pigment und gibt mit Flexodruckfarben auf Aluminiumfolie farbstarke und glänzende blaue Drucke mit ausgezeichneter Wasserechtheit.

Beispiel 4

90 Teile ß-Kupferphthalocyaninpigment in Form des wäßrigen Preßkuchens (= 334 Teile) und 10 Teile oberflächenaktives Mittel, das durch Umsetzen von Ethylendiamin mit PO und dann mit EO erhalten wurde und das einen EO-Anteil von 40 % und ein mittleres Molekulargewicht von 8300 aufweist, werden in einer Rührwerkskugelmühle dispergiert (3 Passagen). Aus der erhaltenen Dispersion wird die feste Zubereitung durch Einsprühen in einen Wirbelbetttrockner in Form von Granulaten isoliert.

BNSDOCID: <EP___0084645A2_I_>

Die feste Zubereitung enthält 90 % Pigment und ergibt mit der unter I angegebenen Flexodruckfarbe auf Aluminiumfolien und Kunststoffolien glänzende blaue Drucke.

Beispiel 5

80 Teile C.I. Pigment Green 7; C.I. Nr. 74 260, 1 Teil Siliconentschäumer und 20 Teile Blockcopolymer (erhalten durch Umsetzen von Ethylendiamin mit PO und dann mit EO; EO-Gehalt 20 %; M 9 000) werden nach Zugabe von 17 Teilen Wasser 1 Stunde geknetet. Endtemperatur: 82°C. Das Knetgut wird zu einem Film ausgewalzt, bei 80°C getrocknet und gemahlen. Die Präparation enthält 80 % Pigment.

In der in I angegebenen Flexodruckfarbe erhält man auf Aluminiumfolie farbstarke, glänzende grüne Drucke mit guter Wasserechtheit.

Beispiel 6

160 Teile C.I. Pigment Orange 34; C.I. Nr. 21 115 wurden in eine Lösung von 40 Teilen Blockcopolymer (erhalten durch Umsetzen von Ethylendiamin mit PO und dann mit EO; EO-Gehalt 40 %, M 12 500) in 400 Teile Wasser eingerührt und in einer Rührwerkskugelmühle dispergiert (5 Passagen). Die Zubereitung wurde durch Sprühtrocknung isoliert.

Diese 80 % Pigment enthaltende Präparation gab auf Papier im Flexodruck farbstarke orange Färbungen.

Beispiel 7

80 Teile C.I. Pigment Red 48; C.I. Nr. 15 865 wurden unter Zusatz von 300 Teilen Wasser und 20 Teilen des in

Beispiel 6 angegebenen Blockcopolymeren in einer Rührwerkskugelmühle dispergiert (3 Passagen). Das Wasser wurde durch Gefriertrocknung entfernt.

Es wurde eine 80 % Pigment enthaltende Präparation erhalten, die im Flexodruck farbstarke, glänzende Rotfärbungen auf Aluminiumfolie ergibt.

Beispiel 8

80 Teile des in Beispiel 3 genannten Rohkupferphthalocyanins und 20 Teile oberflächenaktives Mittel (erhalten durch Umsetzen von o-Phenylendiamin mit PO und dann mit EO; EO-Gehalt: 40 % $\bar{M}$ 10 500) wurden unter Zusatz von 18 Teilen Wasser 1 Stunde geknetet, dabei stieg die Temperatur des Knetgutes auf 86°C. Das zu einem Film gewalzte Knetgut wurde bei 80°C getrocknet und gemahlen. Die 80 % Pigment enthaltende Präparation gab im Flexodruck auf Aluminiumfolie farbstarke Blaufärbungen.

Beispiel 9

20 Teile oberflächenaktives Mittel (erhalten durch Umsetzen von Ethylendiamin mit PO und dann mit EO; EO-Gehalt: 40 %; $\bar{M}$ 12 500) wurden in 200 Teilen Wasser gelöst. Dann wurden 80 Teile C.I. Pigment Red 48:1; C.I. Nr. 15 865:1 zugegeben und die Suspension in einem Attritor 2 Stunden gemahlen. Als Mahlkörper wurden Siliquarzitkugeln mit einem Durchmesser von 0,6 bis 0,8 mm verwendet. Die Dispersion wurde von den Mahlkörpern abgetrennt und die Zubereitung durch Sprühtrocknung isoliert.

Die pulverförmige Zubereitung, die 80 % Pigment enthält, ergab auf Aluminiumfolie brillante Rotfärbungen.

BNSDOCID: <EP___0084645A2_I_>

Beispiel 10

270 Teile Pigment White 6, C.I. Nr. 77 891 und 30 Teile des in Beispiel 9 angegebenen oberflächenaktiven Mittels werden unter Zusatz von 41 Teilen Wasser 1 Stunde geknetet. Das Knetgut hatte dann eine Temperatur von 63°C. Es wurde zu einem Film gewalzt, bei 40 bis 45°C getrocknet und gemahlen.

Die 90 % Pigment enthaltende Zubereitung ist staubfrei und rieselfähig. Mit der unter I angegebenen Flexodruckfarbe werden einwandfreie Drucke auf Papier, Aluminium- oder Polyethylenfolie erhalten.

Beispiel 11

320 Teile Pigment Red 48:4, C.I. Nr. 15865:4 und 80 Teile oberflächenaktives Mittel (erhalten durch Umsetzen von Ethylendiamin mit PO und dann mit EO, EO-Gehalt: 20 %; M 7800) werden unter Zusatz von 80 Teilen Wasser 45 Minuten geknetet. Das Knetgut hatte dann eine Temperatur von 68°C. Es wurde zu einem Film gewalzt, bei 40°C getrocknet und gemahlen. Mit der unter I angegebenen Flexodruckfarbe werden auf Aluminiumfolie farbstarke, glänzende rote Drucke erhalten.

Beispiel 12

400 Teile Pigment Green 7, C.I. Nr. 74 260, 15 Teile Aluminiumhydroxid und 85 Teile des in Beispiel 9 angegebenen Mittels werden unter Zusatz von 100 Teilen Wasser geknetet. Dauer: 1 Stunde; Temperatur 82°C. Es wurde zu einem Film gewalzt, bei 40°C getrocknet und gemahlen. 35 Teile dieser 80 % Pigment enthaltenden Präparation wer-

den in 965 Teile einer Emulsion der folgenden Zusammensetzung eingerührt.

775 Teile Wasser
5 Teile des in der Präparation enthaltenden oberflächenaktiven Mittels,
5 Teile Ammoniak 25 %ig,
50 Teile selbstvernetzendes Polymerisat auf Acrylatbasis,
30 Teile einer 30 %igen wäßrigen Lösung eines synthetischen Verdickungsmittels und
100 Teile einer wäßrigen Dispersion eines selbstvernetzenden Mischpolymerisats auf Acrylatbasis

Diese Druckpaste wird nach den üblichen Verfahren auf die Fasermaterialien aufgedruckt. Nach dem Trocknen und Fixieren (5 Minuten bei 140°C) werden farbstarke und brillante Drucke mit guten Echtheiten erhalten.

Beispiel 13

80 Teile Pigment Red 53:1, C.I. Nr. 15 585:1 und 20 Teile oberflächenaktives Mittel (erhalten durch Umsetzung von Ethylendiamin mit PO und dann mit EO; EO-Gehalt: 20 %; $\bar{M}$ = 5300) werden unter Zusatz von 16 Teilen einer 1:1-Mischung aus Wasser/iso-Propanol 1 Stunde geknetet. Am Ende der Knetung hatte das Knetgut eine Temperatur von 125°C. Es wurde zu einem Film gewalzt, bei 40°C getrocknet und gemahlen.

Die Präparation mit einem Gehalt von 80 % Pigment ergab mit der unter I angegebenen Flexodruckfarbe auf Aluminiumfolie glänzende, farbstarke rote Drucke.

BNSDOCID: <EP___0084645A2_I_>

Beispiel 14

96 Teile Pigmentruß (BET-Oberfläche 110 m^2/g), 21,6 Teile des in Beispiel 9 angegebenen oberflächenaktiven Mittels und 2,4 Teile Triethanolamin werden unter Zusatz von 45 Teilen Wasser 2 Stunden geknetet. Am Ende der Knetung hatte das Knetgut eine Temperatur von 55°C.

Die 80 % Ruß enthaltende Pigmentpräparation liefert in der unter I angegebenen Flexodruckfarbe eine Farbe, die auf Aluminiumfolie tiefschwarze hochglänzende Drucke gibt.

Beispiel 15

40 Teile Pigment Yellow 17, C.I. 21 105 und 10 Teile oberflächenaktives Mittel (erhalten durch Umsetzen von 4,4'-Diaminodiphenylmethan mit PO und dann mit EO, EO-Gehalt: 45 %; $\bar{M}$ 11 500) werden unter Zusatz einer Mischung aus 4 Teilen Wasser und 4 Teilen i-Propanol 2 Stunden geknetet. Die Endtemperatur des Knetguts lag bei 50°C.

Nach dem Einrühren in die unter I beschriebene Flexodruckfarbe erhält man eine Farbe, die farbstarke und glänzende Färbungen auf Aluminiumfolie, PE-Folie und Papier liefert.

Beispiel 16

80 Teile Pigment Red 48:1, C.I. No. 15 865:1, 3 Teile eines Copolymerisats aus 60 Teilen Styrol und 40 Teilen Acrylsäure (Säurezahl 250; $\bar{M}$ 1000) und 17 Teile des in Beispiel 9 angegebenen Mittels werden unter Zusatz von 14 Teilen i-Propanol 1 Stunde geknetet, wobei sich am Ende der Knetung eine Produkttemperatur von 73°C einstellte. Das über eine Friktionswalze zu einem Film ausgewalzte

Knetgut wurde bei ca. 40°C getrocknet und zu einem grießförmigen Produkt zerkleinert.

Mit dieser 80 % Pigment enthaltenden Präparation und der unter I beschriebenen Flexodruckfarbe erhält man eine Farbe, die farbstarke, brillante und wasserfeste rote Drucke auf Polyethylenfolien liefert.

Beispiel 17

180 Teile des in Beispiel 3 beschriebenen Rohkupferphthalocyanins und 120 Teile Pigment Blue 27, C.I. 77 510 werden gemeinsam mit 75 Teilen des in Beispiel 9 angegebenen oberflächenaktiven Mittels und 65 Teilen Wasser 3 Stunden geknetet. Am Ende war die Temperatur des Knetgutes auf 90°C gestiegen. Das Knetgut wurde zu einem Film gewalzt, dieser bei 40°C getrocknet und gemahlen.

Die Pigmentpräparation liefert als Flexodruckfarbe auf Aluminiumfolie farbstarke, brillante und glänzende rotstichig blaue Drucke.

Beispiel 18

40 Teile Pigment-Violett 27, C.I. 42 535:3 und 10 Teile des in Beispiel 11 angegebenen oberflächenaktiven Mittels werden mit 37 Teilen Ethylacetat 1 Stunde geknetet. Am Ende der Knetung betrug die Temperatur im Knetgut 40°C. Das Knetgut wurde mittels Friktionswalze zu einem Film gewalzt, dieser bei 40°C getrocknet und gemahlen.

Die 80 % Pigment enthaltende Präparation ergab mit der unter I angegebenen Flexodruckfarbe eine Farbe, die auf Papier, brillante und farbstarke violette Drucke liefert.

BNSDOCID: <EP___0084645A2_I_>

Beispiel 19

37,5 Teile Pigment Blue 62; 25 Teile Aluminiumhydroxid und 10 Teile des in Beispiel 5 angegebenen Mittels werden mit 23 Teilen Wasser 1 Stunde geknetet, wobei sich eine Endtemperatur von 53°C einstellt. Das Knetgut wird gewalzt, getrocknet und gemahlen.

Diese 75 % Pigment enthaltende Präparation ergab eine Druckfarbe, die brillante blaue Färbungen auf Papier liefert.

Beispiel 20

80 Teile Pigment Red 102, C.I. 77 491 und 20 Teile des in Beispiel 2 genannten oberflächenaktiven Mittels werden mit 17 Teilen Wasser 1 Stunde geknetet. Dabei stellt sich eine Temperatur von 70°C ein. Das Knetgut wird mittels Friktionswalze zu einem Film angewalzt, dieser bei 40°C getrocknet und gemahlen.

Diese 80 % Pigment enthaltende Präparation gibt mit dem unter I angegebenen Bindemittel eine Druckfarbe, die auf Papier und Aluminiumfolie farbstarke gelbbraune Drucke liefert.

Beispiel 21

60 Teile Pigment Blue 15:1, C.I. 74 160 und 15 Teile des in Beispiel 9 angegebenen oberflächenaktiven Mittels werden unter Zusatz von 18 Teilen Wasser 2 Stunden geknetet. Die Endtemperatur des Knetguts lag bei 60°C. Das Knetgut wurde zu einem Film gewalzt, dieser bei 45°C getrocknet und zu einem griesförmigen Produkt zerkleinert.

Die 80 % Pigment enthaltende Präparation gibt in dem unter I beschriebenen Flexodruckfirnis eine Druckfarbe, die auf Aluminiumfolien, auf Polyethylenfolien und auf Papier brillante blaue Drucke liefert.

Durch Einrühren in die in Beispiel 12 angegebene Emulsion erhält man eine Druckpaste, die auf Geweben brillante blaue Drucke liefert.

BNSDOCID: <EP___0084645A2_I_>

Patentansprüche

1. Hochkonzentrierte, nichtstaubende feste Pigmentpräparation bestehend aus - bezogen auf (a + b + c) -

a) 70 bis 95 Gew.% mindestens einem feinteiligen Pigment,

b) 5 bis 30 Gew.% mindestens einem grenzflächenaktiven Mittel, das durch Umsetzen von Aminen der Formel

$$H_2N-(-R-\underset{R^1}{N}-)_n-H,$$

in der R C_2- bis C_6-Alkylen, R^1 H oder C_1- bis C_4-Alkyl und n 1 bis 5 oder R Phenylen-1,3, Phenylen-1,4 oder Diphenylenmethan-4,4', R^1 = H und n = 1 bedeuten, mit Propylenoxid und dann mit Ethylenoxid erhalten wird, wobei der Ethylenoxidanteil, bezogen auf das Blockcopolymere, 20 bis 45 Gew.% beträgt und das Blockcopolymere ein mittleres Molekulargewicht von 4000 bis 15 000 aufweist,

c) 0 bis 5 Gew.% eines oder mehrerer Wachse und/oder schaumverhütenden Mitteln und

d) gegebenenfalls weiteren in Pigmentpräparationen üblichen Mitteln.

2. Pigmentpräparation gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß (b) ein Blockcopolymeres mit einem mittleren Molekulargewicht von 11 000 bis 15 000 ist und der Anteil der Ethylenoxidblöcke an dem Blockcopolymeren 30 bis 45 Gew.% beträgt.

3. Pigmentpräparation gemäß Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß (b) ein Blockcopolymerisat ist, das sich vom Ethylendiamin ableitet.

4. Pigmentpräparation gemäß den Ansprüchen 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß (a) ein feinteiliges anorganisches oder organisches Pigment ist.

5. Pigmentpräparation gemäß Ansprüchen 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß diese als (a) Titandioxid-, Ruß-, Eisenoxid-, Bleichromat-Bleimolybdat-, Nickeltitangelb- und/oder Chrom-III-oxidpigmente enthalten.

6. Pigmentpräparation gemäß Ansprüchen 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß diese als (a) Pigmente aus der Reihe der Azofarbstoffe, der Perylentetracarbonsäurediimide, der Phthalocyanine, der Anthrachinone, der Perinone, des Thioindigo, der Dioxazine, der Isoindolinpigmente, der Ketogruppen enthaltenden polycyclischen Verbindungen mit mindestens 4 kondensierten aromatischen und/oder heteroaromatischen Ringen und/oder der Metallkomplexe enthalten.

7. Verwendung der Pigmentpräparationen gemäß den Ansprüchen 1, 2, 3, 4, 5, 6 oder 7 zum Pigmentieren von wäßrigen, alkoholischen oder wäßrig-alkoholischen Druck- und Lackfarben.

BNSDOCID: <EP___0084645A2_I_>

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Veröffentlichungsnummer: **0 084 645**
A3

(12) # EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 82111517.7

(22) Anmeldetag: 11.12.82

(51) Int. Cl.³: C 09 D 17/00
C 09 B 67/20

(30) Priorität: 29.12.81 DE 3151753

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung: 03.08.83 Patentblatt 83/31

(88) Veröffentlichungstag des später veröffentlichten Recherchenberichts: 10.08.83

(84) Benannte Vertragsstaaten: CH DE FR GB IT LI NL

(71) Anmelder: BASF Aktiengesellschaft
Carl-Bosch-Strasse 38
D-6700 Ludwigshafen(DE)

(72) Erfinder: Belde, Horst
Dubliner Strasse 21
D-6700 Ludwigshafen(DE)

(72) Erfinder: Hartmann, Eduard
Neuhofener Strasse 77
D-6703 Limburgerhof(DE)

(72) Erfinder: Daubach, Ewald, Dr.
Thomas-Mann-Strasse 52
D-6700 Ludwigshafen(DE)

(54) **Hochkonzentrierte, nichtstaubende, feste und leicht verteilbare Pigmentpräparation und deren Verwendung.**

(57) Hochkonzentrierte, nichtstaubende, feste und leicht dispergierbare Pigmentpräparationen, die - bezogen auf (a + b + c) -

a) 70 bis 95 Gew.% ein oder mehrere feinteilige Pigmente,
b) 5 bis 30 Gew.% mindestens eines grenzflächenaktiven Mittel, das durch Umsetzen von Aminen der Formel

$$H_2N-(-\underset{\displaystyle R^1}{\overset{}{R-\underset{|}{N}}}-)_n-H$$

in der R C_2- bis C_6-Alkylen, R^1 H oder C_1- bis C_4-Alkyl und n 1 bis 5 oder R Phenylen-1,3, Phenylen-1,4 oder Diphenylenmethan-4,4', R^1 = H und n = 1 bedeuten, mit Propylenoxid und dann mit Ethylenoxid erhalten wird (EO-Anteil 20 bis 45 Gew.%; mittleres Molekulargewicht 4000 bis 15 000),
c) 0 bis 5 Gew.% Wachs und/oder schaumverhütende Mittel und
d) gegebenfalls weitere in Pigmentpräparationen übliche Mittel enthalten.

Die Präparationen eignen sich hervorragend zum Pigmentieren von wäßrigen, alkoholischen oder wäßrigalkoholischen Druck- und Lackierfarben oder von Druckpasten für den Textildruck.

EP 0 084 645 A3

Croydon Printing Company Ltd

BNSDOCID: <EP___0084645A3_I_>

Europäisches Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

0084645
Nummer der Anmeldung

EP 82 11 1517

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE

Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. ³)
Y	FR-A-2 160 507 (BASF) * Seite 14, Anspruch 1; Seite 2, Zeile 35 - Seite 3, Zeile 5; Seite 4, Zeilen 21-24 *	1-7	C 09 D 17/00 C 09 B 67/20
Y	FR-A-2 245 739 (BASF) * Seite 17, Anspruch 1; Seite 5, Zeilen 31-36 *	1-4,6, 7	
A	DE-B-2 502 839 (BASF) * Spalte 1, Anspruch 1 *	1-4,6, 7	
A	US-A-4 056 402 (JOHN GUZI JR.) * Zusammenfassung; Spalte 4, Zeilen 24-30 *	1-7	
A	FR-A-2 258 438 (HERCULES) * Seite 15, Anspruch 1 *	1-7	

RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl. ³)

C 09 D
C 09 B

Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.

Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer
DEN HAAG	29-04-1983	GIRARD Y.A.

KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTEN

X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet
Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie
A : technologischer Hintergrund
O : nichtschriftliche Offenbarung
P : Zwischenliteratur
T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze

E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
D : in der Anmeldung angeführtes Dokument
L : aus andern Gründen angeführtes Dokument

& : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument

EPA Form 1503 03 82